

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-263484

(43)Date of publication of application : 07.10.1997

(51)Int.Cl.

C30B 15/14

C30B 15/20

// H01L 21/208

(21)Application number : 08-074981

(71)Applicant : SUMITOMO SITIX CORP

(22)Date of filing : 28.03.1996

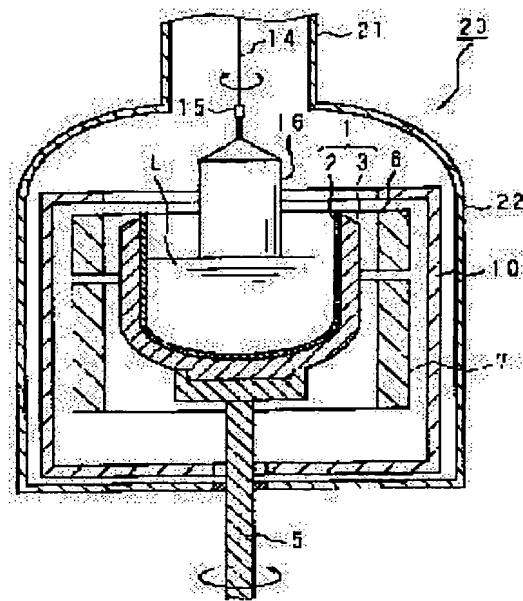
(72)Inventor : ITO MASATO

## (54) METHOD FOR PULLING SINGLE CRYSTAL

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for pulling a single crystal capable of obtaining the single crystal having the high yield in the part of a desired oxygen concn.

**SOLUTION:** When all of the raw materials packed in a crucible 1 are fused, the outputs of both heaters 6, 7 are lowered to lower the temp. of the fused liquid L down to a prescribed temp. and thereafter, a seed crystal 15 is brought into contact with the surface of the fused liquid L. The ratio of the outputs of both heaters 6, 7 is then set at the value calculated by  $RPW \geq 0.088RT$  (RPW: the output rate of the heater on the upper side) in accordance with the ratio RT of the height of the heater 6 on the upper side with respect to the height of the crucible 1 in order to attain the required oxygen concn. While a pulling-up shaft 14 and a supporting member 5 are rotated and driven in directions reverse from each other, the pulling-up shaft 14 is successively pulled up at a prescribed speed, by which the single crystal 16 is grown blow the seed crystal 15. At this time, the crucible 1 is risen by the supporting member 5 as the fused liquid L is decreased by pulling up of the single crystal 16. The height of the surface of the fused liquid L existing between the top and bottom end of the heater 6 on the upper side is thus maintained approximately constant.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

30.05.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3000923

[Date of registration]

12.11.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 ( J P )

(12) 特 許 公 報 ( B 2 )

(11) 特許番号

特許第3000923号  
(P3000923)

(45) 発行日 平成12年 1 月17日 (2000. 1. 17)

(24) 登録日 平成11年11月12日 (1999. 11. 12)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

C 3 0 B 15/14

C 3 0 B 15/14

15/20

15/20

請求項の数 1 (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平8-74981

(22) 出願日 平成 8 年 3 月28日 (1996. 3. 28)

(65) 公開番号 特開平9-263484

(43) 公開日 平成 9 年10月 7 日 (1997. 10. 7)

審査請求日 平成 9 年 5 月30日 (1997. 5. 30)

(73) 特許権者 000002118

住友金属工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜 4 丁目 5 番33号

(72) 発明者 伊藤 誠人

佐賀県杵島郡江北町大字上小田2201番地

住友シチックス株式会社内

(74) 代理人 100078868

弁理士 河野 登夫

審査官 五十棲 毅

(56) 参考文献 特開 平 5 -139879 ( J P , A )

(58) 調査した分野 (Int.Cl.<sup>7</sup> , D B 名)

C30B 1/00 - 35/00

(54) 【発明の名称】 単結晶引き上げ方法

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 坩堝を加熱するヒータが上下方向に複数設けてある装置で、坩堝内の単結晶用原料を全て溶解して熔融液とし、前記熔融液の表面の高さを最上ヒータの加熱領域内に保ちながら、前記熔融液から単結晶を引き上げる方法において、  
単結晶引き上げ中の全ヒータの出力に対する最上ヒータの出力の比率を、坩堝の上下方向の寸法に対する最上ヒータの上下方向の寸法の比に 0. 8 8 を乗じた値以上に設定することを特徴とする単結晶引き上げ方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明が属する技術分野】 本発明は、半導体ウェーハの製造に用いる単結晶を引き上げる方法に関する。

【 0 0 0 2 】

2

【従来の技術】 図 5 は単結晶引き上げ装置の要部を示す模式的側断面図であり、図中50は金属製のチャンバである。チャンバ50は広口壺状のメインチャンバ52に円筒状のブルチャンバ51を連結してなり、メインチャンバ52内の中央には原料を溶解する坩堝31が配置してある。坩堝31は、円筒状の直胴部の下端に碗状の下部を設けてなる石英製の内容器32に、内容器32と相似形である黒鉛製の外容器33が外嵌してあり、坩堝31は外容器23と略同じ熱伝導率である黒鉛製の支持部材35によって回転されると共に、昇降されるようになっている。

【 0 0 0 3 】 坩堝31の外側には抵抗加熱式の筒状のヒータ36、37が上下方向に距離を隔てて坩堝31と同心円状に配設してあり、ヒータ36、37の高さは等しい。これらヒータ36、37及び坩堝31は円柱殻形の断熱容器40内に格納してある。断熱容器40の上面には坩堝31の直径より少し

大きい直径の穴が、また断熱容器40の底面には支持部材35の軸の直径より少し大きい直径の穴が開設してある。前述した支持部材35は断熱容器40の底面に開設した穴及びメインチャンバ52の底を貫通し、図示しない回転昇降装置に連結してある。一方、ブルチャンバ51の中心軸上には棒状又はワイヤ状の引き上げ軸44が昇降及び回転自在に垂下してあり、引き上げ軸44の下端には種結晶45が装着してある。

【0004】このような装置で単結晶を引き上げるには、ヒータ36、37の出力を最大にして坩堝31内の原料を溶解して熔融液Lにする。そして、両ヒータ36、37の出力を共に等しい値まで低下させて熔融液Lを所定温度にした後、種結晶45を熔融液Lの表面に接触させ、引き上げ軸44及び支持部材35を互いに逆方向に回転駆動しつつ、所定の速度で引き上げ軸44を引き上げていくことにより、種結晶45の下方に単結晶46を成長させる。このとき、単結晶46の引き上げによる熔融液Lの減少に伴って、支持部材35によって坩堝31を上昇させ、熔融液Lの表面の高さを略一定に保ち、坩堝31の下面が下側のヒータ37の上端より高くなったとき、該ヒータ37の出力を零にする。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の単結晶引き上げ方法では、引き上げられた単結晶にあって、格子間酸素の濃度が目標値より高い部分の割合が多く、単結晶の酸素濃度が高い部分から切り出したウェーハは、熱処理の際に、結晶内の酸素が析出して表面欠陥を生じ易いので、要求されるスペックの製品として使用することができず、収益が低いという問題があった。これは、“単結晶育成装置”、“電子材料別冊”、平成7年12月”中に記載されているように、単結晶中の酸素濃度は、主に、坩堝底部の内壁から熔融液へ溶出する酸素量によって決定されるが、従来の方法では、坩堝底部の内壁からの酸素の溶出を抑制することができないからである。

【0006】この問題を解決するために、メインチャンバの外側に、磁場を印加する磁場印加装置を設置しておき、坩堝内の熔融液に磁場を印加しながら、単結晶を引き上げる磁場印加チョクラルスキ法が開発されている。しかし、磁場印加チョクラルスキ法にあっては、磁場印加装置を設置しなければならないため、装置コストが高く、また、引き上げ装置の外寸が大きいため、引き上げ装置を格納するクリーンルームの床面積が大きくなるか、又は、クリーンルーム内に設置する引き上げ装置の台数が少なくなるという問題があった。

【0007】本発明はかかる事情に鑑みてなされたものであって、その目的とするところは単結晶引き上げ中の全ヒータの出力に対する最上ヒータの出力の比率を、坩堝の上下方向の寸法に対する最上ヒータの上下方向の寸法の比に0.88を乗じた値以上に設定することによ

て、磁場を印加することなく、坩堝底部からの酸素溶出量を制御して、目標とする酸素濃度の部分の収率が高い単結晶を得ることができる単結晶引き上げ方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明に係る単結晶引き上げ方法は、坩堝を加熱するヒータが上下方向に複数設けてある装置で、坩堝内の単結晶用原料を全て溶解して熔融液とし、前記熔融液の表面の高さを最上ヒータの加熱領域内に保ちながら、前記熔融液から単結晶を引き上げる方法において、単結晶引き上げ中の全ヒータの出力に対する最上ヒータの出力の比率を、坩堝の上下方向の寸法に対する最上ヒータの上下方向の寸法の比に0.88を乗じた値以上に設定することを特徴とする。

【0009】図2は坩堝の周囲に上下2段のヒータが設けてある単結晶引き上げ装置において、坩堝の高さに対する上側のヒータの高さの比を変化させた場合、引き上げた単結晶における所要酸素濃度領域の割合である良品率が80%であったときのヒータの出力比率を示したグラフである。図2から明らかな如く、両者の間には正比例の関係がある。つまり、坩堝の高さに対する上側のヒータの高さの比、換言すれば、坩堝に対する上側のヒータの加熱領域の大きさの程度と、良品率との間には相関関係があることが判明した。図2に示した直線の傾きは、良品率80%の場合、0.88であった。従って、上側のヒータの出力比率を、前述した高さの比に0.88を乗じて得られた値以上になるように設定することによって、坩堝上部の温度より底部の温度を低くし、坩堝底部からの酸素溶出量を制御して、高い良品率の単結晶を引き上げることができる。

【0010】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面に基づいて具体的に説明する。図1は、本発明方法の実施に使用する単結晶引き上げ装置の要部を示す模式的側断面図であり、図中20は金属製のチャンバである。チャンバ20は広口壺状のメインチャンバ22に円筒状のブルチャンバ21を連結してなり、メインチャンバ22内の中央には原料を溶解する坩堝1が配置してある。坩堝1は、円筒状の直胴部の下端に碗状の下部を設けてなる石英製の内容器2に、内容器2と相似形である黒鉛製の外容器3が外嵌してあり、坩堝1は外容器3と略同じ熱伝導率である黒鉛製の支持部材5によって回転されると共に、昇降されるようになっている。

【0011】坩堝1の外側には抵抗加熱式の筒状のヒータ6、7が上下方向に距離を隔てて坩堝1と同心円状に配設してあり、上側のヒータ6の上下方向の寸法（高さ）と坩堝1の上下方向の寸法（高さ）との比は、目標酸素濃度及び両ヒータ6、7の出力比率に応じて所定の値にしてある。これら坩堝1及びヒータ6、7は円柱殻形の断熱容器10内に格納してある。断熱容器10の上面に

は坩堝1の直径より少し大きい直径の穴が、また断熱容器10の底面には支持部材5の軸の直径より少し大きい直径の穴が開設してある。前述した支持部材5は断熱容器10の底面に開設した穴及びメインチャンバ22の底を貫通し、図示しない回転昇降装置に連結してある。一方、プルチャンバ21の中心軸上には棒状又はワイヤ状の引き上げ軸14が昇降及び回転自在に垂下しており、引き上げ軸14の下端には種結晶15が装着してある。

【0012】このような装置で単結晶を引き上げるには、ヒータ6、7の出力を最大にして坩堝1内の原料を溶融して熔融液Lにする。全ての原料を溶融すると、両ヒータ6、7の出力を低下させて熔融液Lを所定温度にした後、種結晶15を熔融液Lの表面に接触させ、所要の酸素濃度にすべく、坩堝1の高さに対する上側のヒータ6の高さの比 $R_1$ に基づいて、両ヒータ6、7の出力の比率を、次の(1)式より算出される値に設定する。これによって、所要の酸素濃度の比率が高い単結晶16を引き上げることができる。

$$R_H \geq 0.88R_1 \quad \dots (1)$$

但し、 $R_H$ ：上側のヒータの出力比率

【0013】そして、引き上げ軸14及び支持部材5を互いに逆方向に回転駆動しつつ、所定の速度で引き上げ軸14を引き上げていくことにより、種結晶15の下方に単結晶16を成長させる。このとき、単結晶16の引き上げによる熔融液Lの減少に伴って、支持部材5によって坩堝1を上昇させ、上側のヒータ6の上端と下端とにある熔融液Lの表面の高さを略一定に保つ。

【0014】

【実施例】次に、比較試験を行った結果について説明する。

【0015】（実施例1）図3は、坩堝の周囲に上下2段のヒータが設けてある単結晶引き上げ装置において、上側のヒータの高さと、下側のヒータの出力に対する上側のヒータの出力の比と、良品率との関係を示すグラフであり、縦軸は良品率を、横軸はヒータの出力比率を示している。なお、坩堝は高さ400mm、直径590mmであり、100kgの原料を溶融し、10rpmで回転させながら8インチ、1000mmの単結晶を引き上げた。各単結晶の良品率は次のようにして求めた。引き上げた単結晶をその一端から長手方向に100mm間隔

で長手方向と直交する方向に切断して複数のブロックを得、各ブロックの両端面の平均酸素濃度をFTIR（Fourier Transform Infrared）装置によって測定し、両端面の測定結果が目標酸素濃度以下である場合を合格、一方で目標酸素濃度を越えていた場合は不合格とする。不合格であったブロックは、更にその中央で切断し、それぞれの両端面の酸素濃度を測定する。そして、合格であったブロックの単結晶に対する割合を良品率とした。

【0016】図中、aは上側のヒータの高さが100mm、下側のヒータの高さが400mmである場合を、bは上側のヒータの高さが200mm、下側のヒータの高さが300mmである場合を、cは上側のヒータの高さが250mm、下側のヒータの高さが250mmである場合を、dは上側のヒータの高さが300mm、下側のヒータの高さが200mmである場合を、eは上側のヒータ400mm、下側のヒータの高さが100mmである場合をそれぞれ示している。また、fは対象例を示しており、坩堝の周囲に高さが500mmのヒータを1つ設けてある。

【0017】図3から明らかな如く、a～eのいずれの場合であっても、本発明方法のように、上段のヒータの出力比率を、坩堝の上下方向の寸法に対するそのヒータの上下方向の寸法の比に0.88を乗じた値以上に設定すると、良品率が80%以上の単結晶を引き上げることができた。

【0018】（実施例2）図4は、本実施例に用いた単結晶引き上げ装置を示す模式的側面図であり、上下方向に3段のヒータが設けてある。坩堝1の周囲には筒状のヒータ6、7、8が距離を隔てて設けてあり、各ヒータ6、7、8の上下方向の寸法は150mmである。坩堝1は高さ400mm、直径590mmである。そして、100kgの原料を坩堝1に充填し、ヒータ6、7、8によってそれを溶融した後、ヒータ6、7、8の出力を種々の比率に設定し、坩堝1を10rpmで回転させながら8インチ、1000mmの単結晶を引き上げ、良品率を求めた。その結果を表1に示す。

【0019】

【表1】

表 1

テストNo.	ヒータ	出力比率 (%)	良品率 (%)
1	上段	30	60
	中段	35	
	下段	35	
2	上段	40	65
	中段	30	
	下段	30	
3	上段	50	75
	中段	25	
	下段	25	
4	上段	60	90
	中段	20	
	下段	20	
5	上段	60	100
	中段	40	
	下段	0	

【0020】表1から明らかな如く、上下方向に3段のヒータ6, 7, 8であっても、本発明方法のように、上段のヒータ6の出力比率を、坩堝1の高さに対するヒータ6の高さの比に0.88を乗じた値以上に設定すると、良品率が80%以上の単結晶を引き上げることができた。

【0021】なお、図1及び図4にあっては、坩堝の側部に2個又は3個のヒータを設けた装置に対して適用してあるが、本発明はこれに限らず、最下のヒータを坩堝の底部に対向させた装置に対しても適用し得ることはいうまでもない。また、4個以上のヒータを設けた装置にも適用し得る。

【0022】

【発明の効果】以上詳述した如く、本発明に係る単結晶引き上げ方法にあっては、引き上げた単結晶は所要酸素濃度の部分の収率が高く、単結晶当たりの収益が大きい等、本発明は優れた効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明方法の実施に使用する単結晶引き上げ装

置の要部を示す模式的側断面図である。

【図2】坩堝の周囲に上下2段のヒータが設けてある単結晶引き上げ装置において、坩堝の高さに対する上側ヒータの高さの比を変化させた場合、引き上げた単結晶における所要酸素濃度領域の割合である良品率が80%であったときのヒータの出力比率を示したグラフである。

【図3】坩堝の周囲に上下2段のヒータが設けてある単結晶引き上げ装置において、上側のヒータの高さと、下側のヒータの出力に対する上側のヒータの出力の比と、良品率との関係を示すグラフである。

【図4】本実施例に用いた単結晶引き上げ装置を示す模式的側面図である。

【図5】単結晶引き上げ装置の要部を示す模式的側断面図である。

【符号の説明】

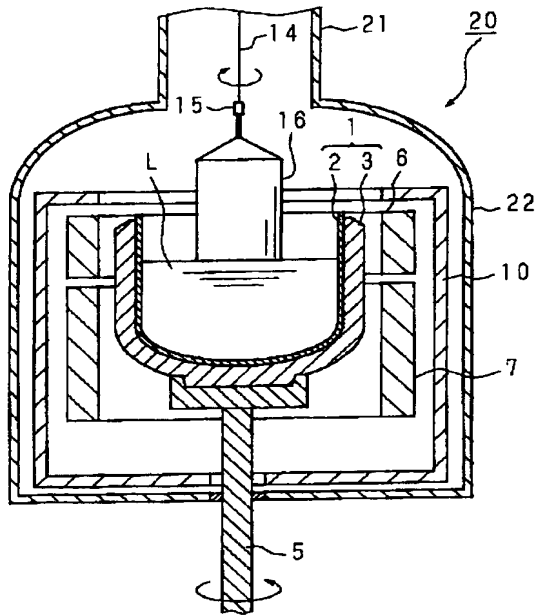
- 1 坩堝
- 6 ヒータ
- 7 ヒータ
- 14 引き上げ軸

15 種結晶  
16 単結晶

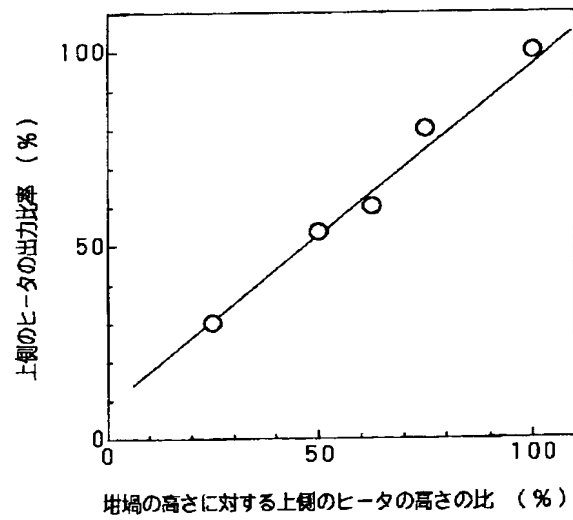
\* 20 チャンバ

\*

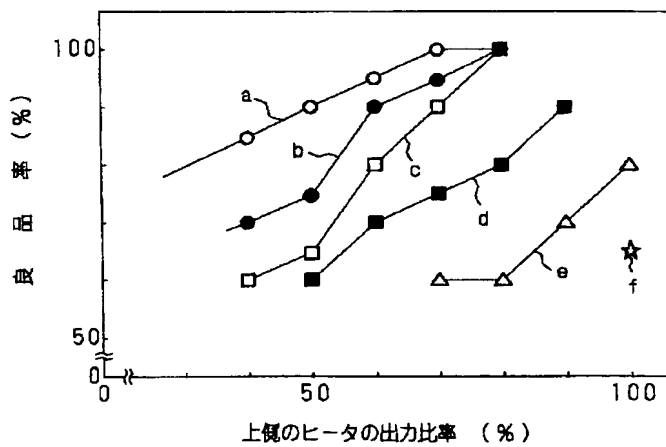
【図1】



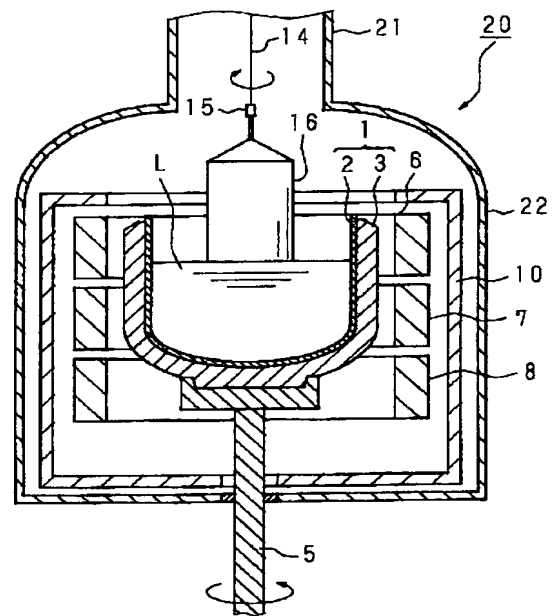
【図2】



【図3】



【図4】



【図5】

